



疲労変形した SM490YA 鋼における変形微細組織の 磁気測定による非破壊評価

八重樫 光*・鎌田 康寛*・越後谷 淳一*²・荒 克之*・境 禎明*³・高橋 正氣*

Nondestructive Evaluation of Deformation Substructure in Fatigued SM490YA Steel Using Magnetic Measurement

Kou YAEGASHI, Yasuhiro KAMADA, Jun-ichi ECHIGOYA, Katsuyuki ARA, Yoshiaki SAKAI and Seiki TAKAHASHI

Synopsis : Relation between magnetic properties and fatigue substructure in fatigued SM490YA steel was investigated. Coercive field H_c was sensitive to dislocation density, rapidly increased with increasing number of fatigue cycles at the initial stage and reached in a saturation at the middle and last stages of metal fatigue. Coefficient of magnetic susceptibility, c , increased over all stages of the fatigue tests and was sensitive to degradation in comparison with H_c . These magnetic-structure-sensitive properties would be useful for nondestructive evaluation of fatigue damage in low carbon steels.

Key words: nondestructive testing; metal fatigue; dislocation; substructure; coercive field; magnetic susceptibility.

1. はじめに

鉄は添加する合金元素や熱処理によって様々な機械的性質が容易に得られ、また安価なため多くの機械・建築構造物に用いられる重要な素材の一つである。構造物において長期間使用することで生じる疲労破壊は、実用上極めて重要な問題である。疲労破壊は表面や材料内部に微小クラックが生じ、それが合体・成長することで起こる。現在の疲労破壊に対する非破壊検査法の研究は表面の微小クラックをいかに早い段階で発見するかに主眼が置かれている。しかし、実際に多くの場合に起こりうる低振幅の疲労においては、微小クラック発生までに全疲労寿命の数十%が費やされる¹⁾。疲労による劣化の全段階をとらえるためには、微小クラックが生じる前の転位組織の変化を観察する必要がある。

転位組織の変化を非破壊的に直接観察することは不可能なので、それに伴う物理的性質の変化を観察し、間接的に組織の変化を評価しなくてはならない。転位組織の変化によって磁氣的性質が敏感に変化することが、数十年前からの詳細な研究により明らかにされており^{2,3)}、最近、磁氣的性質に着目した劣化評価を行う研究が盛んに行われている⁴⁻⁶⁾。我々は直流磁化測定から得られる磁気パラメータ、磁化率の係数が転位組織の変化に敏感であることを報告し、このパラメータを用いた疲労に伴う変形微細組織観察に関する新たな非破壊検査法を提案している⁷⁾。しかし、磁化率の係数 c と金属疲労による転位組織の変化の関係

は、十分に検討されていない。

本研究は、金属の疲労変形に伴う磁化率の係数 c および保磁力のサイクル数依存性を調べ、転位組織の変化と比較し疲労変形に伴う損傷の程度を評価することを目的とする。

2. 内部応力と磁氣的性質

磁壁移動と回転磁化に対して、金属中の格子欠陥は大きな影響を与える。金属中の格子欠陥、例えば転位や点欠陥は周囲に応力場を持つ。欠陥の増殖によってこの応力場が増加すると、磁壁移動が妨害されるため保磁力 H_c は大きくなる^{2,3)}。

$$H_c = \frac{1}{2M_s F \cos \varphi} \langle |\Sigma_{\max}| \rangle_{av} \dots\dots\dots (1)$$

ここで、 M_s は飽和磁化、 F は単位体積あたりに含まれる磁壁の面積、 φ は磁壁と外部磁場とがなす角度である。 Σ は磁壁が格子欠陥から受ける合力である。

また、内部応力が増加すると磁気弾性相互作用によって飽和に近い磁場領域での微分磁化率 χ が増加する²⁾。このときの微分磁化率は外部磁場 H に対して

$$\chi = c/H^3 \dots\dots\dots (2)$$

と表すことができる。係数 c は

平成 15 年 2 月 18 日受付 平成 15 年 5 月 26 日受理 (Received on Feb. 18, 2003; Accepted on May 26, 2003)

* 岩手大学工学部附属金属材料保全工学研究センター (NDE and Science Research Center, Faculty of Engineering, Iwate University, 4-3-5 Ueda Morioka 020-8551)

* 2 岩手大学工学部 (Faculty of Engineering, Iwate University)

* 3 NKK エンジニアリング研究所 (Engineering Research Center, NKK Corp.)

$$c = \frac{1}{M_c^2} \left(\frac{\partial E_\sigma}{\partial \theta} \right)^2 \dots \dots \dots (3)$$

と書くことができる。ここで E_σ は磁気弾性相互作用に起因する磁気異方性エネルギー、 θ は外部磁場と磁化の方向とがなす角度である。これまで、(2)式は高磁場でのみ成立するとされてきたが²⁾、我々は50 Oe程度の低い磁場でも成立することを明らかにした⁷⁾。また係数 c は転位密度と相関があり、塑性変形による内部応力の変化を敏感に反映する⁷⁾。

3. 実験方法

試料は溶接構造用鋼 SM490YA 鋼を使用し、条件をより実用材に近づけるためショットブラスティングにより表面を硬化させた実用材を使用した。鋼の化学組成を Table 1 に示す。SM490YA 鋼の降伏応力は460 MPa、引張強さは570 MPaである。

疲労試験は負荷する応力の大きさによって、低サイクル疲労（高振幅）と高サイクル疲労（低振幅）に大別される。実際の建築構造物において、溶接継手付近やリベット等で固定され応力集中が起き易い箇所では低サイクル疲労が問題になる。本研究では低サイクル疲労に着目した。疲労試験には Fig. 1(a) の砂時計型試験片を用いた。

疲労試験後に磁気測定、硬度測定および転位組織観察を行った。砂時計型疲労試験片の破線部 (Fig. 1(a)) よりリング型試験片 (Fig. 1(b)) を切り出し、磁気測定試料とした。リング型試験片に励磁コイルを70回、探りコイルを30回巻き、理研電子製 B-H Tracer を用いて直流磁化測定を行った。硬度測定にはアカシ製ピッカース硬度計を用いた。荷重は300 gf とし、ショットブラスティングによる硬化の影響を避けるため、試料表面から深さ3 mm の地点で硬度測定を行った。測定誤差を低減させるため、一つの試料について10点測定し、そのうち最小と最大を除いた8点の測定値で算術平均を算出した。転位組織観察には、Philips 製透過型電子顕微鏡を用い、加速電圧300 kV にて観察を行った。試料は、荷重負荷方向に平行に切り出し、酢酸90%、過塩素酸10% 混合液を用いて電解研磨したものを用いた。

4. 実験結果

4.1 SM490YA 鋼の疲労特性

Fig. 1(a) に示した形状の試験片を疲労したときの S-N 特性を Fig. 2 に示す。本実験に用いた試料は、降伏応力以上の472 MPa の負荷応力下で、疲労サイクル数は $2 \times 10^4 \sim 9 \times 10^4$ サイクルとした。この負荷応力での疲労寿命は、S-N 特性図から 1×10^5 サイクルと予想される。従って $2 \times 10^4 \sim 9 \times 10^4$ サイクルは、疲労寿命の20~90%に相当し

Table 1. Chemical composition of SM490YA steel.

	C	Si	Mn	P	S	Fe
wt.%	0.17	0.35	1.44	0.015	0.03	bal.

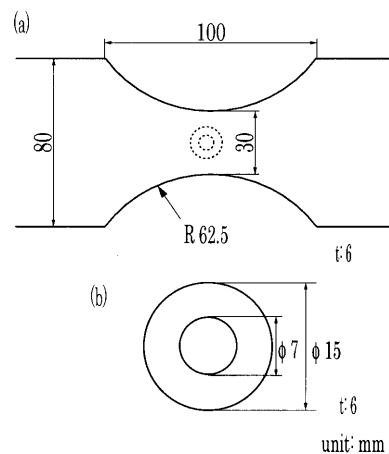


Fig. 1. Shapes of samples for (a) fatigue testing and (b) magnetic measurement.

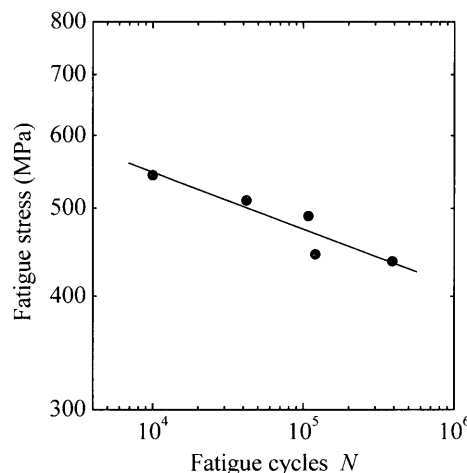


Fig. 2. S-N line of SM490YA steel under stress frequency of 5 Hz.

ている。

4.2 疲労変形による転位組織と硬度の変化

疲労を加えた試料の転位組織の変化を Fig. 3(a)~(e) に示す。疲労前の試料は、初期状態から転位密度が高く、転位の網目構造も観察される (Fig. 3(a))。これは鋼の作製工程で焼入れ焼戻しを行っているためである。 2×10^4 サイクル疲労すると、転位セル壁が形成されている (Fig. 3(b))。さらに 3×10^4 サイクルまで疲労すると、転位セル壁が、より明瞭な亜粒界に発達している (Fig. 3(c))。亜結晶粒の形状は長さ $1 \mu\text{m}$ 、幅 $0.5 \mu\text{m}$ の楕円体である。 3×10^4 サイクル以上では組織上の大きな変化は見られなかった (Fig. 3(d), (e))。

次に、これらの TEM 写真から転位密度 ρ を評価した。転位密度は、写真にメッシュをかけメッシュの線の長さ

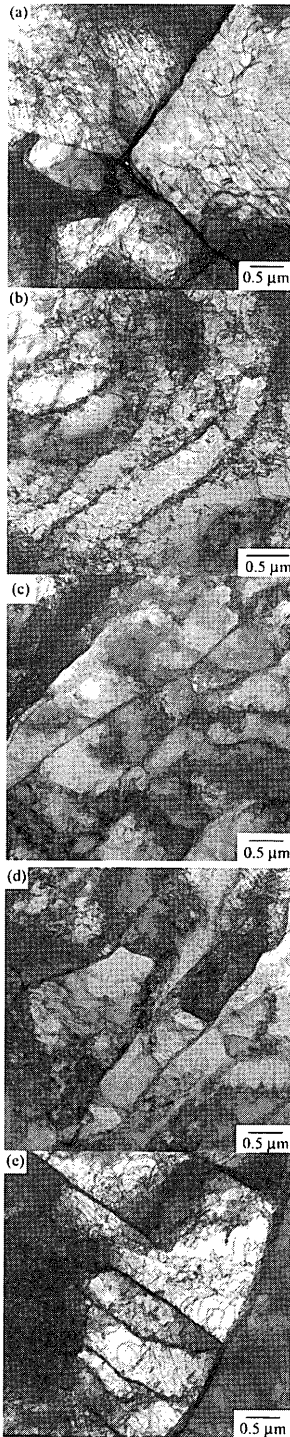


Fig. 3. TEM micrographs of SM490YA steel (a) without fatigue, and with (b) 2×10^4 , (c) 3×10^4 , (d) 7×10^4 , and (e) 9×10^4 cycles.

転位線との交点の数から次式を用いて算出した⁸⁾。

$$\rho = \frac{n_1/l_1 + n_2/l_2}{l} \dots\dots\dots(4)$$

ここで、 l_1 と l_2 はメッシュの線の長さ、 n_1 と n_2 は転位線とメッシュの交点の数、 l は試料厚さである。試料厚さは、等厚干渉縞から約200 nmと算出した。転位セル構造や

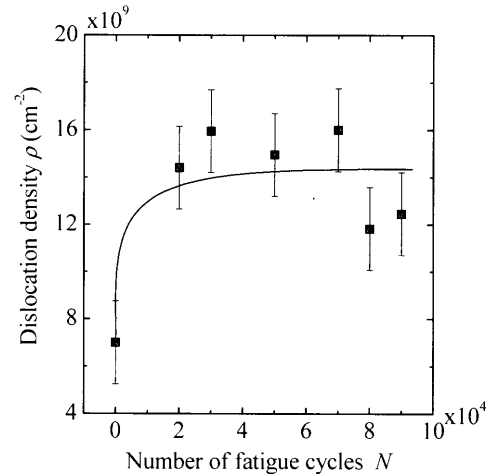


Fig. 4. Dislocation density in SM490YA steel fatigued at 472 MPa.

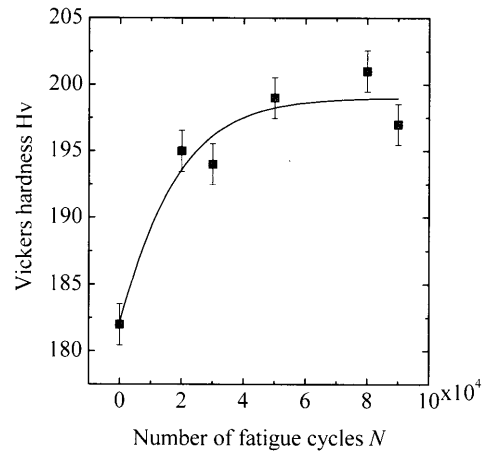


Fig. 5. Vickers hardness for SM490YA steel fatigued at 472 MPa.

結晶粒構造が形成されている場合は、セル内および亜結晶粒内で転位密度を求めた。

以上の解析法をもとに得られた転位密度のサイクル数依存性を Fig. 4 に示す。試料の転位密度は、疲労前は $7.0 \times 10^9 \text{ cm}^{-2}$ であったが、 2×10^4 サイクル疲労後には $1.4 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2}$ まで急激に増加し、その後飽和した。本実験での負荷応力が降伏応力以上であることを考えると、疲労初期の急激な転位密度の増加は、初期段階での塑性変形により多量の転位が一様に導入されたことを示している。

次に硬度のサイクル数依存性を Fig. 5 に示す。 2×10^4 サイクル疲労すると、硬さは H_v 182 から 195 まで急激に硬化し、その後 9×10^4 サイクルまで緩やかに硬化しているように見られる。疲労初期の硬化は、塑性変形による転位の導入に起因すると考えられ、転位密度の急激な増加 (Fig. 4) とよく一致している。

4.3 疲労変形による磁氣的性質の変化

疲労を加えた試料の磁化曲線を Fig. 6 に示す。すべての疲労した試料の磁化曲線において、疲労前の試料に比べ保

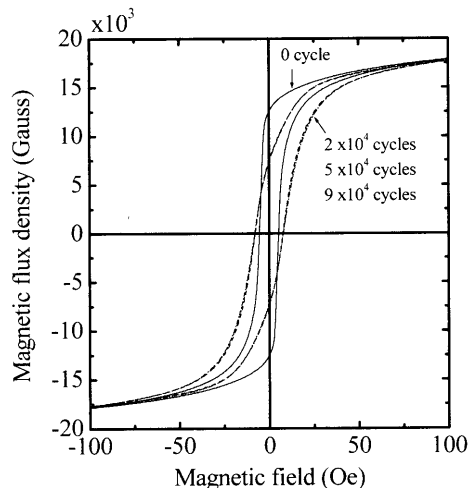


Fig. 6. Hysteresis loops for SM490YA steel without fatigue testing and fatigued at 472 MPa to 2×10^4 , 5×10^4 , and 9×10^4 cycles.

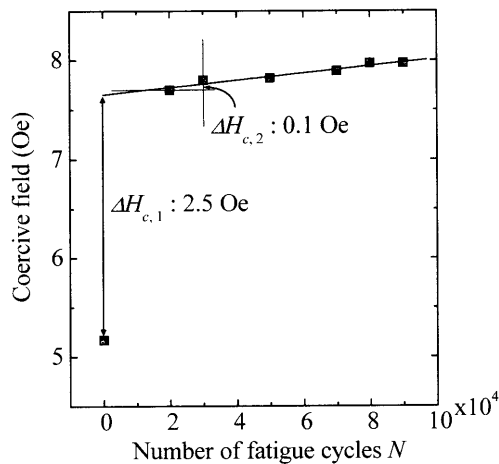


Fig. 7. Coercive field as a function of number of fatigue cycles N for SM490YA steel fatigued at 472 MPa.

磁力が大きくなった。また磁化曲線が傾き、高磁場側で磁化率が增加した。まず、保磁力 H_c のサイクル数依存性を Fig. 7に示す。保磁力は 2×10^4 サイクルまでで急激に増加し、その後はサイクル数の増加とともに僅かに直線的に増加した。この増加領域において直線近似し、それを0サイクルに外挿した値と疲労前の値との差 $\Delta H_{c,1}$ は2.5 Oeであった。疲労前から 9×10^4 サイクルまでの保磁力の全増加量は2.8 Oeであり、 $\Delta H_{c,1}$ はその89%を占める。疲労初期の保磁力の急激な増加は、塑性変形による転位密度の急激な増加と一致している。 2×10^4 から 3×10^4 サイクルにおいて、転位組織はセル壁が明瞭な亜粒界に変化しているが (Fig. 3(b), (c)), このときの保磁力の変化 $\Delta H_{c,2}$ は0.1 Oeで、 $\Delta H_{c,1}$ に比べ非常に小さい。

次に、第2節で述べた磁化率の係数 c を算出するため、磁化曲線から微分磁化率を求めた。各試料の微分磁化率を Fig. 8に示す。微分磁化率は保磁力付近で最大になり、疲労前の最大値は $5.3 \times 10^3 \text{ G Oe}^{-1}$ であったが、疲労を加えた

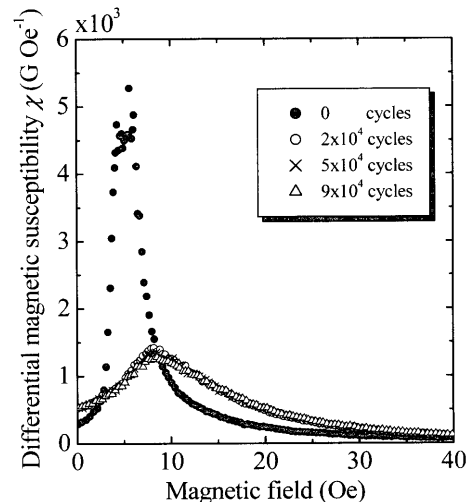


Fig. 8. Differential magnetic susceptibility of SM490YA steel fatigued at 472 MPa.

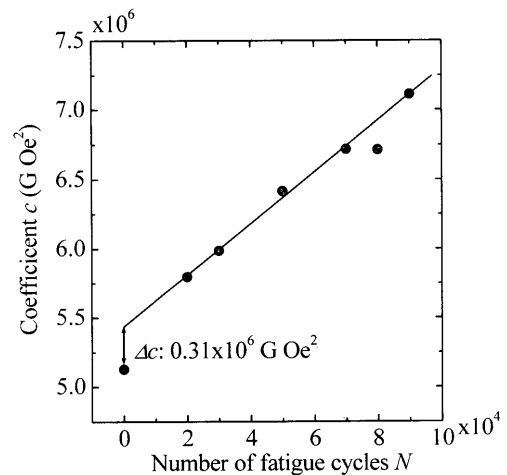


Fig. 9. Coefficient c as a function of number of fatigue cycles N for SM490YA steel fatigued at 472 MPa.

試料はすべて約 $1.4 \times 10^3 \text{ G Oe}^{-1}$ まで減少した。Fig. 8において、微分磁化率が(2)式に従う範囲で磁化率の係数を算出した。得られた係数 c のサイクル数依存性を Fig. 9に示す。係数 c の場合保磁力と異なり、疲労初期の急激な増加は見られず、全疲労領域にわたってほぼ一定の割合で増加した。係数 c の値を0サイクルに外挿した値と疲労前の値との差 Δc は塑性変形による転位密度の増加によると考得られ、全増加量に占める割合が小さく16%である。保磁力の場合と異なり、係数 c は疲労中期および後期の疲労劣化にも敏感であるといえる。

5. 考察

5.1 保磁力と転位組織

本研究で得られた結果を Table 2にまとめた。セルおよび亜結晶粒内における転位密度は疲労初期に大きく増加し、 2×10^4 サイクル以上ではサイクル数によって変化しな

Table 2. Changes of dislocation structure, dislocation density, hardness, coercive field, and coefficient c with increasing of number of fatigue cycles, for SM490YA steel fatigued at stress of 472 MPa.

Number of fatigue cycles	2x10 ⁴	3x10 ⁴	9x10 ⁴
Dislocation structure (Grain diameter of 15 μm)	Cell		Sub-grain (sub-grain length of 1 μm and width of 0.5 μm)
Dislocation density	Rapid increase		Saturation
Hardness	Rapid increase		Increase
Coercive field	Rapid increase		Slight increase
Coefficient c	Increase		Continuous increase

かった。また、疲労前の試料では転位は均一に分布していたが、2×10⁴サイクルでセルを形成し、3×10⁴サイクルでは亜粒界を形成した。これ以上のサイクル数では、亜結晶粒の形状やサイズに大きな変化は見られなかった。

最初に転位密度と保磁力の関係を整理する。保磁力は転位密度とともに疲労初期で大きく増加した。Kronmüller²⁾やTrauble³⁾によれば、引張変形した鉄単結晶において保磁力と転位密度の間に $H_c \propto \sqrt{\rho}$ の関係が成立すると報告されている。本研究で得られた疲労初期における保磁力の増加はこれらの報告と矛盾しない。

次に亜粒界の形成が保磁力に与える影響を考察する。3×10⁴サイクル疲労すると、セル壁が亜粒界に遷移し、平均結晶粒径約15 μmから亜結晶粒径約1 μmへ組織が微細化した(Fig. 3(b), (c))。このときの保磁力の増加量 $\Delta H_{c,2}$ は0.1 Oeと僅かであった(Fig. 7)。一般に結晶粒径 d と保磁力の間には $H_c \propto d^{-1}$ の関係があり、組織が微細化すると保磁力が増大することが知られている^{2,3,9)}。しかし本研究では、観察された粒径の減少量から予想されるほど保磁力は増加しなかった。結晶粒界や亜粒界においてピン止め力が生じる原因として、(i)結晶方位の差による静磁エネルギー^{10,11)}、および(ii)粒界が持つ応力場、が挙げられる。 $\Delta H_{c,2}$ が小さいという結果は、セル壁が亜粒界に遷移する際、これらの効果があまり影響していないことを示唆している。H. Mughrabiらは転位がグループ化したときの応力場の変化に注目し、鉄単結晶に繰り返し荷重を加えたときの磁氣的性質の変化を報告している¹²⁾。彼らの研究においても、保磁力のサイクル数依存性について我々と同様の結果が得られている。

亜粒界形成後の疲労中・後期では、疲労サイクル数とともに亜粒界の方位差が増大すること¹³⁾、またそれにより応力場が増加すること¹⁴⁾がこれまでの研究で報告されている。亜粒界での方位差が増大すると、静磁エネルギー^{10,11)}や粒界付近の応力場に起因した磁壁に対するピン止めは強くなる。この結果、保磁力は疲労中・後期で僅かに増加傾向を示したと考えられる。

5・2 磁化率の係数 c と転位組織

Table 2に示したように、係数 c は亜粒界形成後も連続的に増加した。このとき亜結晶粒内の転位密度と平均亜結晶粒サイズに変化は見られなかった。係数 c も保磁力の場合と同様に亜粒界を構成する転位の応力場によって増加した可能性がある。実際の試料について亜粒界での方位差の評価など、さらに詳細な内部組織観察を行い検討する必要があるが、本研究の結果から係数 c は保磁力に比べて、亜粒界が持つ応力場に敏感であると推察される。

保磁力は疲労中期以降であまり変化しなかったが、係数 c は疲労初期から後期まで連続的に増加した。このことから、係数 c は疲労による転位組織変化の評価に有効であると考えられる。

6. まとめ

本研究では、実用鋼SM490YA鋼に低サイクル疲労を加え、そのときの転位組織と磁気パラメータの変化を比較した。転位密度は疲労初期に増加する。中期および後期ではサイクル数によって増加せず、亜粒界を形成した。保磁力は転位密度とよく似たサイクル数依存性を示したが、微細組織の変化からうける影響は小さかった。磁化率の係数 c は全疲労過程において一定の割合で増加した。磁化率の係数 c は、引張変形だけでなく金属疲労による劣化の評価にも有効であると考えられる。

本研究の一部は、文部科学省科学研究費補助金基盤研究((S)14102034)により行われている。

文 献

- 1) M.Klesnil and P.Lukas 著, 荒木 透, 堀部 進共訳: 金属疲労の力学と組織学, 養賢堂, 東京, (1980), 68.
- 2) H.Kronmüller: *Int. J. Nondestruct. Testing*, **3** (1972), 315.
- 3) H.Trauble: *Magnetism and Metallurgy*, ed. by A.E.Berkowitz and E.Kneller, Academic Press, New York, (1969), 612.
- 4) K.Yamazaki, T.Ogawa, D.Ishihara, M.Nakano, K.Fujiwara, N.Takahashi and A.Chiba: *J. Magn. Soc. Jpn.*, **23** (1999), 1541.
- 5) K.Yamazaki, T.Ogawa, A.Kushibe, S.Sugano, K.Fujiwara and A.Chiba: *J. Struct. Constr. Eng.*, **530** (2000), 7.
- 6) 宮 健三, 高木敏行, 中曾根祐司編著: 材料劣化の電磁解明

- と電磁非破壊検査, 日本 AEM 学会, 東京, (2001).
- 7) S.Takahashi, J.Echigoya and Z.Motoki: *J. Appl. Phys.*, **87** (2000), 805.
 - 8) A.S.Keh: *Direct Observations of Imperfections in Crystals*, Interscience Publishers, New York, (1961), 213.
 - 9) J.Degauque and B.Asite: *J. Magn. Magn. Mater.*, **26** (1982), 261.
 - 10) A.Mager: *Ann. Phys.*, **11** (1952), 15.
 - 11) J.B.Goodenough: *Phys. Rev.*, **95** (1954), 917.
 - 12) H.Mughrabi, R.Kutterer, K.Lubitz and H.Kronmuller: *Phys. Stat. Sol. (a)*, **38** (1976), 261.
 - 13) C.Fukuoka, H.Yoshizawa, Y.G.Nakagawa and M.E.Lapides: *Metall. Trans. A*, **24A** (1993), 2209.
 - 14) A.P.Sutton and R.W.Balluffi: *Interfaces in Crystalline Materials*, Clarendon Press, Oxford, (1995), 115.